

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-097075  
(43)Date of publication of application : 02.04.2002

---

(51)Int.Cl. C04B 35/581  
C04B 35/50

---

(21)Application number : 2001-104460 (71)Applicant : NIHON CERATEC CO LTD  
TAIHEIYO CEMENT CORP  
(22)Date of filing : 03.04.2001 (72)Inventor : SAKAMAKI MAKOTO  
OTAKI HIROMICHI  
MINAMIZAWA KAZUSUKE  
UCHINO EIICHI  
SATO KEISUKE  
KISHI YUKIO

---

(30)Priority  
Priority number : 2000218656 Priority date : 19.07.2000 Priority country : JP

---

**(54) CERAMIC MATERIAL**

**(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a ceramic material having excellent corrosion-resistance to halogen gas and plasma, high heat conductivity and thermal shock resistance.

**SOLUTION:** The material comprises 5-95 wt.% aluminum nitride and the balance oxide or compound oxide containing rare earth elements.

---

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-97075

(P2002-97075A)

(43)公開日 平成14年4月2日(2002.4.2)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

C 04 B 35/581  
35/50

識別記号

F I

C 04 B 35/50  
35/58

テマコト(参考)

4 G 0 0 1  
1 0 4 B

審査請求 未請求 請求項の数2 OL (全4頁)

(21)出願番号 特願2001-104460(P2001-104460)

(22)出願日 平成13年4月3日(2001.4.3)

(31)優先権主張番号 特願2000-218656(P2000-218656)

(32)優先日 平成12年7月19日(2000.7.19)

(33)優先権主張国 日本 (JP)

(71)出願人 391005824

株式会社日本セラテック

宮城県仙台市泉区明通3丁目5番

(71)出願人 000000240

太平洋セメント株式会社

東京都千代田区西神田三丁目8番1号

(72)発明者 酒巻 誠

宮城県仙台市泉区明通3丁目5番 株式会  
社日本セラテック本社工場内

(74)代理人 100099944

弁理士 高山 宏志

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 セラミックス材料

(57)【要約】

【課題】 ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマに対する耐蝕性が良好であり、しかも、熱伝導率が高く熱衝撃特性に優れたセラミックス材料を提供する。

【解決手段】 硼化アルミニウムを5重量%以上9.5重量%以下含み、残部が希土類元素を含む酸化物または複合酸化物からなるセラミックス材料。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 窒化アルミニウムを5重量%以上95重量%以下含み、残部が希土類元素を含む酸化物または複合酸化物からなることを特徴とするセラミックス材料。

【請求項2】 ハロゲン系プラズマ環境下でのエッティング速度が15nm/分以下であり、室温での熱伝導率が20W/m·K以上あることを特徴とする請求項1に記載のセラミックス材料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマ環境下での耐性が高く、半導体製造装置等に好適に用いられるセラミックス材料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】半導体製造工程においては、化学的腐蝕性の高い環境下で用いられる部材は数多い。例えば、ベルジャー、チャンバー、サセプター、クランプリング、フォーカスリング等は、腐蝕性の高いハロゲン系ガスによるドライエッティング工程において使用される。このような腐蝕性環境下で用いられる材料としては、シリカ・石英( $\text{SiO}_2$ )、アルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )が多く用いられてきたが、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマ環境下での耐蝕性は十分とは言えないことから、これらに代わる高耐蝕性材料として希土類元素を含む酸化物や複合酸化物を用いることが提案されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、イットリア( $\text{Y}_2\text{O}_3$ )に代表される希土類酸化物を含む複合酸化物や $\text{Y}_2\text{O}_3$ 単体は、熱伝導率が小さく熱膨張が大きいために、熱衝撃特性が従来用いられてきた $\text{Al}_2\text{O}_3$ 等に比べて劣り、使用時の熱衝撃による破損が懸念されていた。

【0004】本発明はこのような従来技術の有する課題に鑑みてなされたものであり、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマに対する耐蝕性を良好に維持しつつ、しかも、熱伝導率が高く、熱衝撃特性に優れたセラミックス材料を提供することを目的とする。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明によれば、窒化アルミニウムを5重量%以上95重量%以下含み、残部が希土類元素を含む酸化物または複合酸化物からなることを特徴とするセラミックス材料、が提供される。

【0006】このような本発明のセラミックス材料は、緻密に焼結することが容易であり、これにより、ハロゲン系プラズマ環境下でのエッティング速度が15nm/分以下であり、室温での熱伝導率が20W/m·K以上という特性を有し、優れた耐蝕性を示すとともに、熱伝導率が大きいことから熱衝撃特性にも優れる。そのため、

半導体製造装置等のハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマ霧団気を用いる装置のこれらの環境下で用いる部材として好適に用いられる。

## 【0007】

【発明の実施の形態】本発明のセラミックス材料は、窒化アルミニウム(A1N)を5重量%以上95重量%以下含み、残部が希土類元素を含む酸化物または複合酸化物からなる。ここで、A1Nが5重量%未満であると熱伝導率が小さく、十分な耐熱衝撃性を得ることができないという問題がある。一方、A1Nが95重量%超の場合には、フッ素( $\text{F}_2$ )ガスや塩素( $\text{Cl}_2$ )ガス等のハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマに対して十分な耐蝕性を得ることができないという問題がある。希土類元素を含む酸化物または複合酸化物は、5重量%以上が含まれることで耐蝕性の向上や保持が可能となるが、より好ましいA1Nの含有量は20重量%以上80重量%以下である。

【0008】希土類元素を含む酸化物または複合酸化物は、室温～1000°Cの温度域で安定な形態であればよく、具体的には、イットリア( $\text{Y}_2\text{O}_3$ )やイットリウム(Y)とアルミニウム(A1)からなる複合酸化物(YAG(イットリウムアルミニウムガーネット)、YAM(イットリウムアルミニウムモノクリニック)、YAP(イットリウムアルミニウムペロブスカイト))を挙げることができる。

【0009】前述したA1Nと $\text{Y}_2\text{O}_3$ またはYAG等からなる本発明に係るセラミックス材料は緻密に焼結することが容易であり、これにより後述する実施例に示すように、ハロゲン系プラズマ環境下でのエッティング速度が15nm/分以下という優れた耐蝕性を示す。また、室温での熱伝導率が20W/m·K以上という大きな熱伝導率を有し、熱衝撃特性にも優れる。なお、エッティング速度は $\text{F}_2$ ガスプラズマと $\text{Cl}_2$ ガスプラズマのそれぞれの環境下での浸食深さから求められた値であり、熱伝導率は室温においてレーザフラッシュ法により測定した値である。

## 【0010】

【実施例】以下、本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。純度が99.9%以上の $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、A1 $_2\text{O}_3$ 、A1Nの粉末を用いて、表1に示す各試料の組成となるように各試料毎に合計200gを秤量し、ポリエチレンポット中にそれぞれの粉末とメタノール200g、鉄芯入りナイロンボール250gを入れて、16時間混合処理した。こうして得られたスラリーをロータリーエバボレータで減圧乾燥した後に、得られた粉末を#100のナイロンメッシュでメッシュパスし、成形用粉末とした。

## 【0011】

## 【表1】

|       | AIN含有量<br>(wt%) | AIN以外の<br>構成成分                | 熱伝導率<br>(W/m·K) | エッティング速度(nm/分)                     |                                     |
|-------|-----------------|-------------------------------|-----------------|------------------------------------|-------------------------------------|
|       |                 |                               |                 | CF <sub>4</sub> +20%O <sub>2</sub> | BCl <sub>3</sub> +20%O <sub>2</sub> |
| 実施例1  | 7.5             | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 22              | 2                                  | 2                                   |
| 実施例2  | 20              | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 30              | 2                                  | 3                                   |
| 実施例3  | 40              | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 51              | 3                                  | 2                                   |
| 実施例4  | 60              | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 84              | 2                                  | 2                                   |
| 実施例5  | 80              | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 115             | 3                                  | 3                                   |
| 実施例6  | 90              | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 143             | 4                                  | 4                                   |
| 実施例7  | 7.5             | YAG                           | 23              | 2                                  | 2                                   |
| 実施例8  | 20              | YAG                           | 29              | 3                                  | 3                                   |
| 実施例9  | 40              | YAG                           | 55              | 2                                  | 2                                   |
| 実施例10 | 60              | YAG                           | 79              | 2                                  | 2                                   |
| 実施例11 | 80              | YAG                           | 107             | 3                                  | 3                                   |
| 実施例12 | 90              | YAG                           | 140             | 4                                  | 4                                   |
| 比較例1  | 3               | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 15              | 2                                  | 2                                   |
| 比較例2  | 98              | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 140             | 18                                 | 27                                  |
| 比較例3  | 3               | YAG                           | 8               | 2                                  | 2                                   |
| 比較例4  | 98              | YAG                           | 125             | 20                                 | 30                                  |

【0012】成形用粉末を直径15mmφ、厚さ6mmにプレス成形した後、冷間静水圧プレス処理して成形体を得た。作製した成形体は、非酸化性雰囲気下で、組成に合わせて焼成温度を決定し、それぞれ3時間焼成した。得られた焼結体の熱伝導率は、室温においてレーザフラッシュ法を用いて測定した。また、焼成体の片面を鏡面研磨してその一部をポリイミド樹脂でマスキングし、並行平板型のRIEプラズマエッティング装置を用いて、四フッ化炭素(CF<sub>4</sub>)+酸素(O<sub>2</sub>)プラズマ(流量50sccm、CF<sub>4</sub>:O<sub>2</sub>=40:10)と三塩化ボウ素(BCl<sub>3</sub>)+酸素(O<sub>2</sub>)プラズマ(流量50sccm、BCl<sub>3</sub>:O<sub>2</sub>=40:10)によりエッティング試験をそれぞれ行った。エッティング試験後に試験試料のエッティングされた露出部分の高さを先にポリイミド樹脂でマスキングした部分の高さと比較することにより、その浸食深さを調べ、エッティング速度を算出した。

【0013】試験結果を表1に併記する。比較例1と比較例3はともにAIN含有量が3重量%と少なく、そのためにエッティング速度が、2nm/分と小さく耐蝕性が良好であるが、熱伝導率が8~15W/m·Kであり、従来から用いられているAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>セラミックスの約1/4~1/2と小さいために、十分な熱衝撃特性を得ることができない。これに対し、比較例2と比較例4はともにAIN含有量が98重量%と多いために、熱伝導率が125~140W/m·Kと大きく、良好な熱衝撃特性が期待できる一方で、エッティング速度が18~30nm/分と大きく、十分な耐蝕性が得られていないことがわかる。

【0014】実施例1~6は、AINとY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>からなるセラミックスであるが、エッティング速度が2~4nm

/分と小さく良好な耐蝕性が得られていると同時に、熱伝導率も22~143W/m·Kと20W/m·K以上が確保され、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>セラミックスと同等以上であった。また、実施例7~12は、AINとYAGからなるセラミックスであるが、エッティング速度が2~4nm/分、熱伝導率が23~140W/m·Kと、実施例1~6と比較して同等の特性が得られている。このように、本発明の組成条件を満足するセラミックス材料は、耐蝕性に優れ、また、熱伝導率が大きく熱衝撃特性に優れることが確認された。

【0015】なお、上記実施例は、希土類酸化物または複合酸化物としてY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、YAGを用いた場合について示したが、希土類酸化物または複合酸化物はイットリア化合物に限定されず、例えば、酸化エルビウム(Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)、酸化イッテルビウム(Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)、酸化ジスプロシウム(Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)等を挙げることができる。また、ハロゲン系ガス雰囲気は、ハロゲン系ガスプラズマ雰囲気よりも腐蝕性は小さいと考えられることから、本実施例の結果から、本発明のセラミックス材料は、ハロゲン系ガス雰囲気においても、良好な耐蝕性を有するものと判断される。

#### 【0016】

【発明の効果】上述の通り、本発明のセラミック材料によれば、ハロゲン系ガスやハロゲン系プラズマに対する耐蝕性が良好であり、また熱伝導率が大きく熱衝撃特性に優れることから、半導体製造装置等の部材として用いることが可能となる。これにより、使用部品の交換頻度が低減され、それに伴うメンテナンスコストが低減される。また、腐蝕した成分による処理雰囲気への汚染が抑制されることから、処理特性も向上するという種々の効果が得られる。

(4) 開2002-97075 (P2002-970JL

フロントページの続き

|   |  |
|---|--|
| (72)発明者 大滝 浩通<br>宮城県仙台市泉区明通三丁目5番 株式会<br>社日本セラテック本社工場内 | (72)発明者 佐藤 敬輔<br>宮城県仙台市泉区明通三丁目5番 株式会<br>社日本セラテック本社工場内                |
| (72)発明者 南澤 一右<br>宮城県仙台市泉区明通三丁目5番 株式会<br>社日本セラテック本社工場内 | (72)発明者 岸 幸男<br>宮城県仙台市泉区明通三丁目5番 株式会<br>社日本セラテック本社工場内                 |
| (72)発明者 内野 栄一<br>宮城県仙台市泉区明通三丁目5番 株式会<br>社日本セラテック本社工場内 | F ターム(参考) 4G001 BA03 BA09 BA36 BB03 BB09<br>BB36 BC23 BC54 BD03 BD37 |